

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ НА
ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$**

Е.А.Изосимова, Е.С.Лютова

Научный руководитель: профессор, д.т.н. Л.П.Борило

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г.Томск, пр.Ленина, 36, 634050

E-mail: izosimovaelenaa@gmail.com

**SYNTHESIS AND RESEARCH OF PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES OF MATERIALS
BASED ON THE SYSTEM $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$**

E.A.Izosimova, E.S.Lyutova

Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.P.Borilo

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: izosimovaelenaa@gmail.com

Abstract. *Materials synthetis based on oxide system $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$ was conducted by the sol-gel method. Tetraethyl orthosilicate (TEOS), phosphoric acid (H_3PO_4), calcium nitrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) and magnesium nitrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) in ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) were used for preparation of solution. Viscosity of the solutions was 1,6–1,8 mm²/s on the first day. On the second day a precipitate was formed in solution. Chemical bonds in the solutions were identified by IR spectroscopy. Powder X-ray diffraction showed at 800°C in the samples fixed phases quartz SiO_2 , whitlockite ($\text{Ca}_{2,589}\text{Mg}_{0,411}$)(PO_4)₂, β -crystalite high SiO_2 , stanfieldite $\text{Mg}_3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_4$. Chemical bonds in the powders were identified by IR spectroscopy. The surface of the powders and chemical composition was investigated by SEM and EPMA.*

Введение. Многие виды биоактивных неорганических материалов были разработаны в течение последних десятилетий и в настоящее время находят применение для восстановления костей и регенерации тканей в организме [1]. Особо важную роль имеют кальцийфосфатные материалы. Это связано с тем, что биоактивное поведение этих материалов определяется способностью к костному срастанию. Оно в свою очередь обусловлено образованием апатитоподобного слоя, состав и структура которого эквивалентны минеральной фазе в кости. Также необходимо, что бы материал был биохимически совместим с тканями организма, а в идеале он должен стимулировать процессы естественного восстановления.

Ранее было доказано, что высокой биоактивностью обладает стеклокерамика на основе системы $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO}$ [2]. Повышение биоактивности данной системы может быть достигнуто введением MgO [3]. Магний входит в первую четверку минералов в организме, а по содержанию в клетке занимает второе место. Кроме того, магний играет важную роль в развитии и восстановлении костной ткани человека за счет стимуляции пролиферации остеобластов.

Экспериментальная часть. Объектами исследования являются растворы и порошки, приготовленные на основе системы $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$ со следующим содержанием оксидов:

1 состав: 52–18–25–5; 2 состав: 52–18–10–20 масс.%, соответственно.

На начальных этапах исследования была определена вязкость растворов при комнатной температуре. В первые сутки вязкость имеет значение 1,6 мм²/с и 1,8 мм²/с. На вторые сутки в растворах наблюдалось выпадение белого мелкодисперсного осадка.

По данным ИК-спектроскопии в растворах были идентифицированы связи, представленные в таблице 1.

Таблица 1

Отнесение полос ИК-спектров растворов

Области, см ⁻¹		Группы
Состав 1	Состав 2	
1653	1654	Деформационные колебания H ₂ O
1379, 801	1379, 803	Колебания NO ₃ ⁻ группы
1323	1326	Деформационные колебания -CH ₂ -, -CH ₃
1274	1272	Деформационные колебания -ОН в первичных спиртах
1086	1086	Валентные колебания P=O, -PO ₄ ³⁻ группа;
1043	1045	Валентные колебания Si-O-Si
879	879	Валентные колебания Si-O-H; колебания Mg-O-Mg
594	603	Деформационные Si-O- колебания
430	428	Деформационные Ca-O- колебания

Наличие валентных колебаний Si-O-Si в областях 1086, 1043–1045 см⁻¹ и деформационных колебаний Si-O- в области 594–601 см⁻¹ свидетельствуют о наличии кремнийкислородного каркаса. Пик при 879 см⁻¹ показывающий наличие связей Mg-O-Mg, а также наличие деформационных колебаний Ca-O- в области 428–430 см⁻¹ свидетельствуют о том, что кальций и магний способны встраиваться в кремнийкислородный каркас, с последующей полимеризацией.

Данные ИК-спектроскопии порошков, отожженных при 800 °С представлены в таблице 2.

Таблица 2

Отнесение полос ИК-спектров порошков

Области, см ⁻¹		Группы
Состав 1	Состав 2	
1075, 963	1067, 928	Валентные колебания P=O, -PO ₄ ³⁻ группа
792	790, 721	Деформационные колебания Si-O-Si
566	560	Деформационные Si-O- колебания
460	443	Деформационные Ca-O- колебания

Отсутствие характерных полос в области 1600-1200 см⁻¹ свидетельствует о полном удалении воды и органических соединений из порошков при 800°С.

При 800°С в порошках были обнаружены фазы следующего состава:

Состав 1: кварц SiO₂, витлокит (Ca_{2,589} Mg_{0,411})(PO₄)₂

Состав 2: β -кристобалит SiO_2 , стенфилдит $\text{Mg}_3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_4$

Полученные данные РФА подтверждают ИК-спектроскопические исследования о встраивании кальция и магния в кремнийкислородный каркас, что положительно влияет на биоактивность материалов.

На рисунке 1 изображены микрофотографии порошков, полученных при 800°C . Порошки обладают однородной поверхностью с равномерным распределением элементов. Частицы порошков являются пористыми, что связано с удалением газообразных веществ при термообработке. Для образцов с увеличением содержания магния в системе характерно уменьшение пористости.

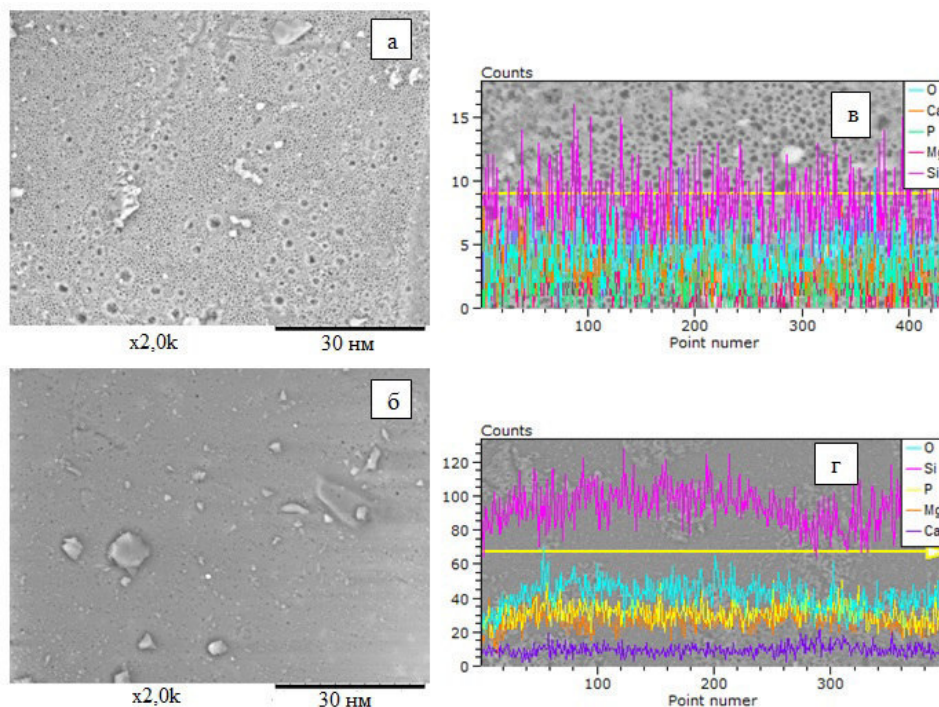


Рис. 1. Микрофотографии поверхности порошков и профиль линейного распределения элементов для системы $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$, где а, в) 52-18-25-5; б, г) 52-18-10-20 (масс.% соответственно)

Заключение. Результаты ИК-спектроскопических исследований и РФА показали, что кальций и магний встраиваются в кремнийкислородный каркас с образованием фаз кварца SiO_2 , витлокита $(\text{Ca}_{2,589}\text{Mg}_{0,411})(\text{PO}_4)_2$, β -кристобалита SiO_2 , стенфилдита $\text{Mg}_3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_4$, с характерными полосами поглощения в области $1000\text{--}400\text{ см}^{-1}$. Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено равномерное распределение элементов по поверхности порошков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Surmenev R.A., Surmeneva M.A., Ivanova A.A. Significance of calcium phosphate coatings for the enhancement of new bone osteogenesis – A review // *Acta Biomaterialia*. – 2014. – Vol.10. – P. 557 – 559.
2. Borilo L.P., Lyutova E.S., Spivakova L.N. Study of biological properties of thin-film materials on the basis of the $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO}$ system // *Key Engineering Materials*. – 2016. – Vol. 683. – P. 427–432.
3. Rabiee S.M., Nazparvar N., Azizian M., Vashae D., Tayebi L. Effect of ion substitution on properties of bioactive glasses: A review // *Ceramics International*. – 2015. – Vol. 41. – № 6. – P. 7241 – 7251.